

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-188489

(43)Date of publication of application : 24.07.1990

(51)Int.Cl.

G30B 15/10  
G30B 29/06  
H01L 21/208

(21)Application number : 01-006238

(71)Applicant : MITSUBISHI METAL CORP

(22)Date of filing : 13.01.1989

(72)Inventor : WATANABE NOBUYA  
TAKESHITA SHIN

## (54) METHOD FOR REGENERATING QUARTZ CRUCIBLE FOR PULLING UP SILICON SINGLE CRYSTAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To improve the yield of the quartz crucible for pulling up a silicon single crystal with respect to its fabrication by removing the protrusions on the inner surface of the crucible or the foreign matter in the region to a specified depth from the inner surface to smooth the surface.

CONSTITUTION: The protrusions on the inner surface of the quartz crucible for pulling up a silicon single crystal or the foreign matter other than vitreous silica in the region to a depth of  $\leq 1$ mm from the inner surface are removed by mechanical grinding or chemical etching, and the periphery of the ground part or etched part is heat-treated and smoothed. In this method, the periphery of the ground or etched recess is melted after drying by an arc flame by a graphite electrode ( $< 5$ ppm ash) or an oxyhydrogen flame, vitrified, and smoothed. When a silicon single crystal is pulled up with a crucible with the periphery of the ground recess not smoothed, the periphery is easily released, and the released pieces of quartz are mixed into the produced silicon single crystal to cause defect.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-188489

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

C 30 B 15/10  
29/06  
H 01 L 21/208

識別記号

庁内整理番号

P

8518-4G  
8518-4G  
7630-5F

⑭ 公開 平成2年(1990)7月24日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 シリコン単結晶引上げ用石英ルツボの再生方法

⑯ 特 願 平1-6238

⑰ 出 願 平1(1989)1月13日

⑱ 発 明 者 渡 辺 及 扶 也 東京都千代田区岩本町3-8-16 三菱金属株式会社岩本町オフィス内

⑲ 発 明 者 武 下 臣 秋田県秋田市沢島6-10-3

⑳ 出 願 人 三菱金属株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 松井 政広 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

シリコン単結晶引上げ用石英ルツボの再生方法

2. 特許請求の範囲

シリコン単結晶引上げ用石英ルツボの内側表面に存在する突起物およびもしくは内側表面から少なくとも1mm以内の厚さの領域に包含されるガラス状シリカ以外の異物を、機械的研削または化学的エッチングした後、該研削跡または食刻跡の周縁部を熱処理して滑らかにすることを特徴とするシリコン単結晶引上げ用石英ルツボの再生方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、シリコン単結晶引上げ用石英ルツボの不良品とされていたものを修理再生する方法に関する。

(従来技術と問題点)

半導体シリコン単結晶は現在主にチヨクラルスキー法(CZ法)により製造されている。該CZ法では多結晶シリコンを石英ルツボ内に充填し、約1450℃に加熱溶融して該溶融シリコンからシリコン単結晶を引上げる。ここで使用される石英ガラスルツボは通常石英粉をアーク炎で溶融して製造されるが、溶融中に揮発したSiO<sub>2</sub>等が途中で酸化し、再びルツボの内側表面に落下し或は気泡の発生等により突起部が形成されたり、また不純物の金属粉その他シリカ以外の物質がルツボの内側表面に付着して混入異物となったりする場合が少なくない。

これらの種々な原因によってルツボの内側表面に形成された突起部および混入異物を含有する石

英ルツボを用いてシリコン単結晶を製造すると、単結晶を引上げる際にその突起物および混入異物がルツボから剥離して単結晶中に混入し、結晶欠陥発生の原因とするため単結晶化歩留り（多結晶から得られる単結晶の収率）が低下する。そのため従来はそのような突起物や異物を内側表面の領域に含有する石英ルツボは不良品として単結晶引上げに使用されず、石英ルツボ作製上の歩留りを低くしてルツボのコストを高くしている。

（問題解決に係る知見）

本発明者らは、上記のような石英ルツボの製作歩留りをよくする目的で種々検討を重ねた結果、ルツボの内側表面の突起部およびもしくは該表面からある程度の厚さの領域に存在する混入異物を除去する方法を見出し、それによって従来使用できなかった石英ルツボが十分シリコン単結晶の引上げ用として使用できることを見出した。

（発明の構成）

本発明は、シリコン単結晶引上げ用石英ルツボの内側表面に存在する突起物およびもしくは内側

表面から少なくとも1mm以内の厚さの領域に包含されるガラス状シリカ以外の異物を、機械的研削または化学的エッチングした後、該研削跡または食刻跡の周縁部を熱処理して滑らかにすることを特徴とするシリコン単結晶引上げ用石英ルツボの再生方法を提供する。

本発明はシリコン単結晶引上げ用石英ルツボの内側表面および該表面から少なくとも1mm以内の厚さの領域に含有される突起物および混入異物を除去して、従来不良品として使用できないとされる石英ルツボをシリコン単結晶引上げ用に使用し得るルツボに再生する方法を提供するものである。

本発明において石英ルツボの内側表面の突起部とは以下のようなものである。シリコン単結晶製造用の石英ルツボは一般的に回転モールドイング法によって製造されている。この方法ではルツボの形に成形した石英粉を内側からアーク炎で加熱溶融してルツボとするが、溶融中に生成したSiO<sub>2</sub>等が揮発してアーク炉の内壁等に凝縮し、これが落下してシリカ突起部となり、或は原料石英粉に

付着した窒素等のガスに由来する突起部も生ずることがある。また微小な金属粉その他シリカ以外の不純物がルツボの内側表面近傍に付着して混入異物を形成することもある。

このような突起物もしくは混入異物を除去する方法は機械的に研削してもよくまた化学的エッチング（食刻）によってもよい。機械的研削は主にダイヤモンドツールを使って突起部および混入異物の部分を完全に削り取る。化学的な食刻は表面付近の異物の除去に適し、主にフッ硝酸が用いられる。研削した後水洗し更に純水で洗浄し乾燥する。乾燥は可及的クリーンな雰囲気で行なうことが望ましい。研削跡をフッ酸で処理してもよい。本発明においては乾燥した後、研削あるいはエッチングによる凹部の周縁部を高純度（灰分<5ppm）黒鉛電極によるアーク炎もしくは酸水素炎を当てて溶融してガラス状態として滑らかにしておくことが必要である。研削した凹部の周縁部を滑らかにしないままそのルツボを用いてシリコン単結晶を引上げると、引上げ中に周縁部が剥離し易く、

製造したシリコン単結晶中に石英の剥離片が混入し欠陥となり易い。

研削または食刻により生じた凹部に石英粉を充填して溶融して補修する試みもあるが手間が掛って実用的でない。本発明によれば研削もしくは食刻の跡はクリーンであってかつ周縁部が滑らかであれば、むしろ凹部の存在は溶融シリコンの攪拌効果が向上し溶融シリコンの温度を均一化する効果がある。

上記機械的研削または化学的エッチングにより石英ルツボの内側表面から少くとも1mmの厚さの領域に存在するガラス状シリカ以外の異物を取り除く。石英ルツボを用いてシリコン単結晶を引上げる際ルツボの内側表面から0.5~0.7mmの厚さの領域が溶融シリコンにより侵食されるため、1mmの領域の異物が除去してあれば製造されるシリコン単結晶中に取りこまれることはない。従って一つの石英ルツボで2~3個のシリコン単結晶を引上げる場合は内側表面から更に深く2.5~3mmの厚さの領域の異物を除去することが必要である。

これにより石英ルツボを繰返し使用することが可能となる。

〔発明の効果〕

本発明の方法によって得られる石英ルツボを用いて引上げたシリコン単結晶は、従来良品とされている石英ルツボで引上げたシリコン単結晶と同等の単結晶化歩留りを示し、いわゆる不良品の再生に極めて有効である。従って総合の石英ルツボの歩留りは著しく向上する。

〔実施例および比較例〕

実施例 1

回転モールディング法によって製造した石英ルツボのうち不良品とされたものの内側表面の突起部および内側表面から1mmの厚さの領域に含有される異物をダイヤモンドツールにより研削除去し洗浄、乾燥後高純度(灰分<5ppm)黒鉛電極のアーケ炎で削り跡の周縁部を溶融して滑らかにしてシリコン単結晶引上げに使用した。この結果、次表に示すように良品の石英ルツボで引上げたシリコン単結晶と同等の単結晶化歩留りを得た。

比較例 1～3

回転モールディング法で製造した石英ルツボのうち不良品の石英ルツボおよび該不良品石英ルツボの内表面を研削だけしたものを夫々用いてシリコン単結晶を引上げて単結晶化率を求めた。この結果を比較例とし実施例1の結果と共に表に示す。

表

	石英ルツボ	単結晶化率(%)
実施例 1	本発明の処理	75
比較例 1	不良品	40
" 2	不良品を研削のみ	45
比較基準	良品	74

特許出願人 三菱金属株式会社

代理人 弁理士 松井政広(他1名)

手続補正書

平成1年4月13日

特許庁長官 吉田文毅殿

1. 事件の表示

平成1年 特許願 第006238号

2. 発明の名称

シリコン単結晶引上げ用石英ルツボの再生方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 (626) 三菱金属株式会社

4. 代理人 (i164)

住所 東京都中野区本町1丁目31番4号

シティーハイムコスモ1003号室

電話 (03) 373-5571(代)

氏名 弁理士 7119 松井政広



5. 補正指令の日付 自 発

6. 補正により増加する発明の数 なし

7. 補正の対象

明細書の~~特許請求の範囲~~ <sup>発明の詳細な説明</sup>の欄

8. 補正の内容

別紙のとおり



補正の内容

I. 明細書第3頁第3行目から同頁第4行目の記載

「……混入し、結晶欠陥発生の原因とするため単結晶化歩留り……」を次のように訂正する。

『……混入し単結晶化歩留り……』